ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИЗДЕЛИЯ КОСМЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОЙ И СВЯЗАННОЙ ЩЕЛОЧИ

ГОСТ 29188.5—91

Издание официальное

БЗ 9—91/1062

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.58.001.4:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИЗДЕЛИЯ КОСМЕТИЧЕСКИЕ

Методы определения свободной и связанной щелочи

Cosmetics. Methods for determination of free and tied alkali

ГОСТ 29188.5—91

ОКСТУ 9150

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на косметические изделия и устанавливает методы определения щелочи:

общей (суммы свободной и связанной);

свободной и связанной;

свободной в продуктах, содержащих карбонаты кальция и магния.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 29188.0.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ (СУММЫ СВОБОДНОЙ И СВЯЗАННОЙ) ЩЕЛОЧИ

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании водорастворимой щелочи раствором кислоты в присутствии индикатора метилового оранжевого.

2.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 и нормативно-технической документации с интервалом температур 0—100°С и ценой деления 1°С.

Колба П-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—25 (100) по ГОСТ 1770.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Бюретка 1 (3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³, приготовление по ГОСТ 25794.1.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%, приготовление по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

2.3. Проведение испытания

В плоскодонной колбе взвешивают от 1 до 5 г продукта, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, приливают 100 см³ горячей воды температурой 80—100°С, встряхивают, а затем после охлаждения до комнатной температуры прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до изменения желтой окраски в розовую.

2.4. Обработка результатов

Массовую долю общей щелочи (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot M}{m \cdot 100},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора кислоты, израсходованный на титрование щелочи, см³;

M — молярная масса эквивалента щелочи;

m — масса навески вещества, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3% для продуктов с массовой долей щелочи до 2,0%; интервал суммарной погрешности измерения ±0,2% при доверительной вероятности P = 0,95.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНОЙ И СВЯЗАННОЙ ЩЕЛОЧИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на последовательном титровании испытуемого продукта раствором кислоты: в присутствии индикатора фенолфталеина титруют свободную щелочь (гидроксид и карбонат), а затем в присутствии индикатора метилового оранжевого — связанную щелочь (бикарбонат).

3.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 и нормативно-технической документации с интервалом температур 0—100°С и ценой деления 1°С.

Колба П-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—25 (100) по ГОСТ 1770.

Бюретка 1 (3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³, приготовление по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1%, приготовление по ГОСТ 4919.1.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%, приготовление по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.3. Проведение испытания

В плоскодонной колбе взвешивают от 1 до 5 г продукта, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, приливают 100 см³ горячей воды температурой 80—100°С, встряхивают, а затем после охлаждения до комнатной температуры прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина (при наличии свободной щелочи раствор окрашивается в малиновый цвет) и титруют раствором кислоты до обесцвечивания. Замечают объем раствора кислоты (V_1), израсходованный на титрование.

Для определения связанной щелочи в ту же колбу прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого (раствор окрашивается в желтый цвет) и продолжают титрование раствором кислоты до появления розового окрашивания. Замечают израсходованный объем раствора кислоты (V_2).

3.4. Обработка результатов

Массовую долю свободной щелочи (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot M}{m \cdot 100},$$

массовую долю связанной щелочи (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot M}{m \cdot 100},$$

где V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора кислоты, израсходованный на титрование щелочи в присутствии фенолфталеина, см³;

V_2 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора кислоты, израсходованный на титрование щелочи в присутствии метилового оранжевого, см³;

M — молярная масса эквивалента щелочи;

m — масса навески вещества, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3% для продуктов с массовой долей щелочи до 2,0% и 0,07% для продуктов с массовой долей щелочи до 0,5%; интервал суммарной погрешности измерения соответственно ±0,2% и ±0,05% при доверительной вероятности $P=0,95$.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНОЙ ЩЕЛОЧИ В ПРОДУКТАХ, СОДЕРЖАЩИХ КАРБОНАТЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на извлечении водорастворимой щелочи из продукта и определении ее титрованием раствором кислоты в присутствии индикатора фенолфталеина.

4.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 и нормативно-технической документации с интервалом температур 0—100°С и ценой деления 1°С.

Колба П-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—25 (100) по ГОСТ 1770.

Воронка В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бюретка 1 (3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³, приготовление по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1%, приготовление по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.3. В плоскодонной колбе взвешивают от 4 до 6 г продукта, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, приливают 100 см³ горячей воды температурой 80—100°С, на электрической плитке доводят до кипения и кипятят в течение 15 мин. Затем фильтруют через бумажный фильтр, собирая фильтрат в колбу вместимостью 250 см³. Остаток на фильтре (карбонат кальция и магния) промывают дважды 50 см³ горячей воды температурой 80—100°С.

К фильтрату с промывными водами прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски раствора.

4.4. Обработка результатов

Массовую долю щелочи (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot M}{m \cdot 100},$$

где V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора кислоты, израсходованный на титрование щелочи, см³;

M — молярная масса эквивалента щелочи;

m — масса навески вещества, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,01% для продуктов с массовой долей щелочи до 0,1%; интервал суммарной погрешности измерения ±0,005% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством медицинской промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А. Л. Войцеховская, канд. хим. наук; **Т. Б. Залетова**; **Н. Н. Калинина**, канд. хим. наук; **Г. П. Карева**, канд. хим. наук; **Н. Б. Логинова**; **А. Б. Скворцова**, канд. хим. наук; **Н. М. Шехтман**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 24.12.91 № 2061

3. Срок проверки — III кв. 1997 г., периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВЗАМЕН** ОСТ 18—304—76, п. 3.25, ГОСТ 5972—77, п. 3.7

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4919.1—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 5962—67	3.2, 4.2
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 12026—76	4.2
ГОСТ 14919—83	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 20292—74	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 24104—88	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 25336—82	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 25794.1—83	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 28498—90	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 29188.0—91	1

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. И. Морозова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 21.01.92 Подп. в печ. 20.02.92 Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,37. Тир. 432 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер. 6. Зак. 850